# บทคัดย่อ


**รหัสโครงการ:** MRG5280192

**ชื่อโครงการ:** โครงการการประยุกต์ระบบโฟลอินเจคชันและซีเควนเชียลอินเจคชันสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างยาและตัวอย่างทางสิ่งแวดล้อมโดยวิธีการสกัดด้วยของเหลวแบบออนไลน์

**นักวิจัย :** ดร. สราวุฒิ สมนาม
สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเชียงใหม่

**E-mail Address :** sarawut_som@cmru.ac.th

**ระยะเวลาโครงการ :** 2 ปี (16 มีนาคม 2552 – 15 มีนาคม 2554)

ได้พัฒนาระบบการสกัดด้วยคลื่นอัลตราโซนิกแบบประหยัดสำหรับการสกัดและตรวจวิเคราะห์สารลดแรงตึงผิวที่มีประจุลบด้วยปฏิกิริยาเมทิลีนบลูโดยใช้ไดคลอโรมีเทนเป็นตัวทำละลายอินทรีย์ ในงานนี้เครื่องทำความสะอาดด้วยคลื่นอัลตราโซนิกราคาถูกได้ถูกนำมาใช้สำหรับการเพิ่มประสิทธิภาพการสกัด โดยลดปริมาณสารเคมี เวลาที่ใช้สกัด และค่าใช้จ่ายลง ทั้งนี้ ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดและการตรวจวัด พบว่า เวลาสกัดที่เหมาะสมคือ 30 วินาที อัตราส่วนของปริมาตรระหว่างตัวทำละลายชั้นน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์คือ 8:1 ความเข้มข้นของเมทิลีนบลูและ $Na_2SO_4$ คือ $10^{-5}$ mol $L^{-1}$ และ $10^{-2}$ mol $L^{-1}$ ตามลำดับ สารที่สกัดได้ (1 mL) ถูกดูดเข้ามายังโฟลเซลล์ที่ออกแบบไว้สำหรับตรวจวัดสารปริมาตรเพียงเล็กน้อยด้วยวิธีทางสเปกโทรโฟโตเมทรีที่ 660 นาโนเมตร ระบบสามารถสกัดตัวอย่างได้พร้อมกัน 12 ตัวอย่าง จากการวิเคราะห์ซ้ำ 11 ครั้งของสารมาตรฐาน 0.1 M SDS พบว่ามีค่า %RSD เท่ากับ 4.8% วิธีดังกล่าวได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ โดยพบว่าเมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีมาตรฐาน ทั้งสองวิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

ระบบเดียวกันนี้ได้นำไปประยุกต์ใช้ต่อสำหรับการทำสเซิเอชันของเหล็กโดยใช้สารปริมาณน้อย การทำสเปซิเอชันของเหล็ก(II) และเหล็ก(III) ทำได้ด้วยปฏิกิริยาของ 1,10-phenanthroline โดยในสภาวะที่มีและไม่มีกรดแอสคอร์บิกตามลำดับ ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นถูกสกัดด้วยไดคลอโรมีเทนในปริมาณน้อย (1 mL) ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสม พบว่า ความเข้มข้นที่เหมาะสมของ 1,10-phenanthroline และ กรดแอสคอร์บิกคือ 0.1 และ 0.1%w/v ตามลำดับ เวลาในการสกัดคือ 30 วินาที อัตราส่วนของปริมาตรระหว่างตัวทำละลายชั้นน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์คือ 8:1 จากการวิเคราะห์ซ้ำ 11 ครั้งของสารมาตรฐาน 10 mg $L^{-1}$ Fe(II) และ 10 mg $L^{-1}$ Fe(III) พบว่ามีค่า %RSD เท่ากับ 4.6% และ 2.4% ตามลำดับ วิธีดังกล่าวได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง อาหารเสริม โดยพบว่าเมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้กับวิธีมาตรฐาน ทั้งสองวิธีไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

ได้พัฒนาวิธีโฟลอินเจคชันคัลเลอริเมทรีอย่างง่ายสำหรับการสกัดด้วยของเหลว-ของเหลวแบบออนไลน์ จากระบบที่พัฒนาขึ้นสารตัวอย่างจะถูกฉีดเพื่อเกิดปฏิกิริยากับรีเอเจนต์เป็นสารประกอบไอออนแอสโซซิเอชัน แล้วเกิดการไหลสลับกันกับตัวทำละลายอินทรีย์เพื่อให้เกิดกระบวนการสกัดขึ้นในคอยล์สกัด จากนั้น เฟสของตัวทำละลายชั้นน้ำและสารอินทรีย์จะถูกแยกในหลอดทดลองแบบธรรมดาสำหรับการตรวจวัดสัญญาณด้วยระบบแบบง่ายซึ่งทำขึ้นโดยอาศัยหลักการของซีเควน-เชียลอินเจคชัน เนื่องจากการทำงานที่แยกกันระหว่างกระบวนการสกัดและการตรวจวัด นั่นคือในระหว่างที่มีการตรวจวัดสัญญาณของสารตัวอย่างก่อนหน้านี้ สารตัวอย่างตัวใหม่สามารถถูกฉีดเข้าสู่ระบบได้ทันทีเพื่อเริ่มการสกัดครั้งใหม่เพื่อเป็นการลดปริมาณสารเคมีและเวลาที่ใช้ จากการประยุกต์ในการวิเคราะห์ในตัวอย่างจริง ระบบนี้ได้ถูกสาธิตในการตรวจสอบปริมาณของสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุลบในตัวอย่างน้ำเสียและไดเฟนไฮดรามีน ไฮโดรคลอไรด์ในตัวอย่างยา

**คำสำคัญ:** โฟลอินเจคชัน, การสกัดด้วยคลื่นอัลตราโซนิก, การสกัดด้วยของเหลว-ของเหลวแบบออนไลน์, สารลดแรงตึงผิวที่มีประจุลบ, ไดเฟนไฮดรามีน ไฮโดรคลอไรด์

**Abstract**

**Project Code :** MRG5280192

**Project Title :** Application of Flow Injection and Sequential Injection Systems for the Analysis of Pharmaceutical and Environmental Samples with On-line Liquid-liquid Extraction

**Investigator :** Dr. Sarawut Somnam
Chemistry Program, Faculty of Science and Technology,
Chiang Mai Rajabhat University

**E-mail Address :** sarawut_som@cmru.ac.th

**Project Period :** 2 years (16 March 2009 – 15 March 2011)

An economical ultrasonic-assisted extraction (UAE) system was developed for the extraction / spectrophotometric determination of anionic surfactant based on methylene blue method using dichloromethane as an organic solvent. A low-cost ultrasonic cleaner was employed for enhancement of extraction efficiency and to reduce chemicals, time and cost. Suitable conditions for extraction and detection were investigated. Extraction time of 30 sec was found to be optimum. Volume ratio of aqueous sample to organic solvent of 8:1 was obtained. Concentrations of methylene blue and $Na_2SO_4$ were selected at $10^{-5}$ and $10^{-2}$ mol $L^{-1}$, respectively. The extractant (1 mL) was sucked by hypodermic needle into a flow cell that designed for a small volume batchwise spectrophotometric detection at 660 nm. Simultaneous parallel extraction of 12 samples can be carried out. The 11 standard solutions of 0.10 mol $l^{-1}$ of SDS was evaluated for reproducibility and %RSD was found to be 4.8%. The method was applied to real water sample analysis and the results obtained were compared to those of the standard method. No significant difference between the two methods was observed.

The same UAE system was further applied for the speciation of iron by consuming low amounts of chemicals. The speciation of iron(II) or iron(III) was achieved based on 1,10-phenanthroline reaction in absence or presence of ascorbic acid, respectively. The product was then extracted by using the low amounts of dichloromethane as a solvent (1 mL). The suitable conditions were also studied. Concentrations of 1,10-phenanthroline and ascorbic acid were optimized and found at 0.1 and 0.1% w/v, respectively. Extraction time of 30 sec was found to be optimum. The volume ratio of aqueous sample to organic solvent of 8:1 was obtained. Simultaneous parallel extraction of 12 samples can be carried out. The 11 standard

solutions of 10 mg $L^{-1}$ Fe(II) and 10 mg $L^{-1}$ Fe(III) was evaluated for reproducibility and %RSD was found to be 4.6% and 2.4%, respectively. The method was applied to the analysis of supplementary samples and the results obtained were compared to those of the standard method. No significant difference between the two methods was observed.

A simple colorimetric flow injection (FI) method for on-line liquid-liquid extraction has been exploited. According to the developed system, sample was injected to form ion-association compound in aqueous phase before then merging to form alternating segment with organic solvent to perform the extraction process in the extraction coil. The aqueous and organic phases were separated in a simple test tube for monitoring the signal with a simple detection system which built based on sequential injection (SI) principle. Due to independent operation between the extraction and detection processes, that means while the detection of signal of previous sample was working, a new sample could be immediately injected for the new cycle of extraction to minimize the chemicals and time consumption. From the application to real samples, the system has been successfully demonstrated for the assays of anionic surfactant in wastewater samples and diphenhydramine hydrochloride in pharmaceutical samples.

**Keywords:** Flow injection, Ultrasonic-assisted extraction, On-line liquid-liquid extraction, anionic surfactant, diphenhydramine hydrochloride